

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

AY

AI

17684

特許庁長官
国 名 アメリカ合衆国
出願年月日 1971年2月8日
出願番号 第113690号

②1 特願昭47-13358 ①1 特開昭47-1762
④3 公開昭47.(1972) 9.9 (全4頁)

審査請求 無

甲第 12 号証



特 許 願 0.1

①9 日本国特許庁

⑬ 公開特許公報

昭和47年2月8日

特許庁長官 井上武久 殿

1. 発明の名称

均質性電光素子

庁内整理番号

⑤2 日本分類

2. 発明者

住 所 アメリカ合衆国ミシガン州ディアボーン・ハイム・
ヨークシャー・ブールバード450
氏 名 エドワード・エフ・ジョンス(ほか2名)

6917 41

1300C/14

3. 特許出願人

国 籍 アメリカ合衆国
住 所 アメリカ合衆国ミシガン州ディアボーン・ザ・
アメリカン・ロード(番地なし)
名 称 フォード・モーター・カンパニー
代表者 シドニー・ケリー

4. 代 理 人 千 100

住 所(居所) 東京都千代田区大塚町2丁目2番1号
〒111-211-1 5 2 6

万 式 査 査 査

氏 名(名称) 弁護士エルマー・イー・ウエルティ

47 013358

明 細 書

1. 発明の名称

均質性電光素子

2. 特許請求の範囲

p が 0.03 - 0.4 の間の数であるとき

$Y_{2-p}Co_pAl_{2-p}O_3$ - 形式を持つ、珪酸塩型構造の酸化イットリウムアルミニウムとセリウムの均質固溶体より本質的になり、該均質固溶体はカリウムを含まないものであることを特徴とする化合物の、成長が迅速であり高効率で動作する均質性電光素子。

3. 発明の詳細な説明

説明：酸化イットリウムアルミニウムの珪酸塩型構造を持ちセリウムイオンが一様に分布した固溶体を、各金属の水酸化物の混合物を絶えず溶分間質中に置き、比較的低い初期温度から混合物の温度を徐々に上昇させ、水酸化物が固溶体に転化する温度に到達させて、製造した。温度上昇の間、反応生成物を除去するに十分な速度で、溶分間質

が絶えず混合物を通過するようにする。得られた均質体中にはカリウムは存在せず、均質体は非常に高い効率、迅速な成長速度、黄色部分にピークのある電光スペクトルを保持したものである。均質性電光素子の製造方法と均質性電光素子の構造は本明細書に記載されている。

本明細書、図1は、その構造による「均質性電光素子」と呼ぶべき均質性電光素子(0.1ミクロン厚)の構造を示す。図1は、その構造による「均質性電光素子」と呼ぶべき均質性電光素子(0.1ミクロン厚)の構造を示す。

本明細書は、均質性電光素子の製造方法と均質性電光素子の構造を示す。均質性電光素子は、白色又は黄色の均質体とその上の黒色インキ又は青色インキとを同時に均質なコントラストをつくるように、均質性電光素子の成長速度を制御する。均質性電光素子の成長速度を制御する。均質性電光素子の成長速度を制御する。

そのように均質性電光素子、H. W. R. Wyckoff, "Crystal Structures", Vol. 3, 2nd

に記載されてある型の柘榴石型構造を持つ。

特願昭46-35599号の発明より前に市販されていた螢光体は一般に比較的広いスペクトルを持ち通常はスペクトルの緑色部或は黄緑色部にピークを持つ光を放射するものであった。この従来技術の螢光体は又減衰速度が比較的遅く、満足の輝度をうるには高い入力エネルギーが必要である。このような性質その他の点で著しく改善されたものである。本質的に酸化イットリウムアルミニウムと酸化イットリウムガリウムとセリウムイオンが柘榴石型構造の固溶体をなしたものとより本質的に成る螢光体が、特願昭46-35599号記載の発明により提供された。この螢光体では、その固有の組成及び性質、特に黄色の発色には、ガリウムとセリウムの両者が可成りの量存在することが本質的なことである。螢光体の焼成工程段階は、螢光体原料を種々の雰囲気の中1400℃の炉中に置いて行なう。

本発明は、特願昭46-35599号記載の螢
(3)

が均一に分散した柘榴石型構造の均質固溶体が得られる。この工程を実施するには、比較的低い初期温度は約100℃以下であることが好適である。室温を初期温度とすることが便利である。螢光体は乾燥前も乾燥中も約600℃を越える温度にしてはならない。焼成間に、原料を最高焼成温度約1400℃に上昇させるには毎時約100-500℃の昇温が用いられる。

焼成間に原料を還元雰囲気と絶えず接触するように維持することは、転化反応の間に排出されてくる反応生成物を掃過し去るに充分な速度で原料上に還元雰囲気を流すことにより有効に行われる。

このようにして柘榴石型構造の均質固溶体への転化が前記反応生成物によつて邪魔されないようにする。有用な還元雰囲気は水素、水素-窒素混合気体、一酸化炭素等である。約5%の水素を含む水素-窒素混合気体が比較的安全であり有効である。

原料を過る還元雰囲気の有用な流速は毎秒約0.1cm以上である。毎秒約2cmの流速に効率と便

(5)

光体の性質に等しい或はそれによつて改良された螢光体でガリウムを含まないものを提供する。本発明の螢光体は、 p が0.3と0.5の間の際であるとき化学式 $Y_{1-p}Co_pAl_2O_{12}$ を持つ、酸化イットリウムアルミニウムとセリウムの柘榴石型構造の固溶体均質溶液より本質的になっている。本発明の螢光体はガリウムを少しも含まないが、比較的スペクトル領域が狭く黄色部分にピークを持つ光を放射し、エクスポネンシャルな速度で減衰し約70ナノ秒以内で最初の強度の1/10になり、その後も同じ速度で減衰し、高い効率を持ち小さい入力エネルギーで満足の輝度を与える。

本発明の螢光体は、各金属の水酸化物の緊密な混合物を乾燥状態で得て、該混合物を比較的低い初期温度の還元雰囲気中に置き、徐々に温度を上昇させて水酸化物が固溶体に転化する温度に至らせる焼成よりなる工程によりつくられる。焼成の全期間材料は常に還元雰囲気と接触するように維持される。この方法によりセリウムイオン
(4)

利の点から優れ、好適である。

p が約0.3の螢光体はスペクトルの性質と効率の両者の点から優秀なものである。セリウムの含量が多くなると一般に効率が下り始め、又セリウムを均一に分布させることが困難になる。余りに小さいセリウム含量の螢光体は、純粋な取捨その他の用途に本質的に必要である黄色の発光を一般に行なわない。

実 施 例 1

硝酸イットリウム0.4M、硝酸セリウム0.4M、塩化アルミニウム0.4Mの各水溶液をつくつた。イットリウム溶液27ml、セリウム溶液3ml、アルミニウム溶液50mlの緊密な混合液をつくつた。塩酸でpH7-7.5に緩衝された乾燥オキシメチルアミノメタン溶液約100ml中に前記混合液を徐々に滴加した。同時に、約0.5Nのアセト水酸を加えた。滴加の際に絶えずpHメーターで監視して前記pH範囲を維持し、得られた混合液は絶えずマグネチックスターラーでかきまわした。滴加が完了したとき得られた沈殿を濾過し、乾燥

(6)

上げ、約100℃の循環空気炉中で一夜乾燥した。乾燥沈殿をアルミナ製ボート中に拡げ室温の炉中に置いた。97%の窒素と3%の水素より成る還元雰囲気炉に入れ、炉は、雰囲気絶えず乾燥沈殿上を循環し、該還元雰囲気から何らかの不純物を絶えず除去するように設備されたものであつた。還元雰囲気の流速は乾燥沈殿上で毎秒約2cmになるに充分なものであつた。

還元雰囲気の循環を行ないつつ、沈殿の温度を毎秒約500℃の速さで上昇させ、最高焼成温度1400℃に至らせた。固溶体がほぼ室温に冷却するまで雰囲気の循環を続けた。

得られた螢光体は石榴石型構造を持ち、化学式 $Y_{1-x}C_{0.2x}Al_{0.8x}O_{1.2}$ を持つた均質固溶体であつた。陰極線で刺激すると螢光体は、5685Åにピークを持ち半値がそれぞれ5230Å及び6215Åにある光を放射した。螢光体はエキスポネンシャルの速度で減衰し、約70ナノ秒で $\frac{1}{e}$ の強度になり、更にほぼ同じエキスポネンシャルの速度で減衰し極度に低い値になつた。市販の螢

(7)

光体。

(3) アルミニウム、イットリウム、セリウムの各水酸化物の緊密な混合物を乾燥状態に調製し、該混合物を絶えず還元雰囲気と接触させつつ、比較的低い初期温度から徐々に混合物の温度を上昇させて、水酸化物混合物が固溶体に転化する温度に至らせて焼成する、ことを含むところの前記第1項記載の陰極線螢光螢光体の製造方法。

(4) 前記水酸化物の緊密な混合物を乾燥状態に調製する工程段階が、

アルミニウム、イットリウム、セリウムのそれぞれの塩の水溶液が緊密に混合したものを調製し、混合水溶液から各金属の水酸化物の緊密な混合物を共沈させ、該共沈沈物を600℃以下の温度で乾燥する、

ことより成るところの、前記第3項記載の方法。

(5) 焼成工程段階が、

混合物の上に絶えず還元雰囲気を流通させ、該流通の速度を混合物から酸化性反応生成物を除去するに充分なものとして、該酸化性反応生成物が

(9)

光体と比較試験をすると、本発明の螢光体は市販品の約2倍の強度の光を放射した。

前記の如く本発明は、自動宛名読取機の飛点走査器に用いるによく適合した性質を持つ螢光体を提供するものである。本発明の螢光体はスペクトルの黄色部分にピークのある陰極線螢光を行なうにガリウムを必要としない。その理由は、焼成工程段階の徐々に温度が上昇する間還元雰囲気て螢光体原料を通過することによりセリウムが均一に分布される結果によるものと思われる。

以下の諸項に本発明の実施態様の要領を示す。

(1) pが約0.05-0.15の間の数であるとき

$Y_{1-p}C_{0.2p}Al_{0.8p}O_{1.2}$ の一般式を持つ、石榴石型の酸化イットリウムアルミニウムとセリウムの均質固溶体より本質的になり、該均質固溶体はガリウムを含まないものであることを特徴とするところの、減衰が迅速であり高効率で動作する陰極線螢光螢光体。

(2) pが約0.3であり、約5685Åにピークを持つ光を放射するところの、前記第1項記載の螢

(8)

混合物の固溶体への転化を妨げることをのないうにする、

ことより成るところの前記第4項記載の方法。

(6) 焼成工程段階が、毎秒約0.1cmを越える速度で還元雰囲気を混合物上に流通させることより成るところの、前記第5項記載の方法。

(7) 焼成工程段階が、

混合物の上に絶えず還元雰囲気を流通させ、該流通の速度を混合物から酸化性反応生成物を除去するに充分なものとして、該酸化性反応生成物が混合物の均質な固溶体への転化を妨げることをのないうにする、

ことより成るところの前記第3項記載の方法。

(8) 焼成工程段階が、毎秒約0.1cmを越える速度で還元雰囲気を混合物上に流通させることより成るところの、前記第7項記載の方法。

代理人 弁 護 士 エルマー・イー・ウエルティ

5. 添付書類の目録

- | | |
|-------------|-------|
| (1) 明 細 書 | 1 通 |
| (2) 図 面 | 1 通 |
| (3) 願 書 副 本 | 1 通 |
| (4) 委任状及び訳文 | 各 1 通 |
| (5) 優先権証明書 | 1 通 |

6. 前記以外の発明者、特許出願人又は代理人

(1) 発 明 者

住所 アメリカ合衆国オハイオ州トレド・オークヘブン・
ロード 2 1 2 1

氏名 ダグラス・イー・スミス

住所 アメリカ合衆国ミシガン州アン・アーバー・
アークウッド・ドライブ 6 6 0

氏名 ツセング・イグ・チエン